

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-231174

(43) 公開日 平成10年(1998) 9月2日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>  
C04B 35/565  
35/584  
35/599

識別記号

F I

C04B 35/56 101 H  
35/58 102 L  
302 A

審査請求 未請求 請求項の数 7 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平9-49872

(22) 出願日 平成9年(1997) 2月18日

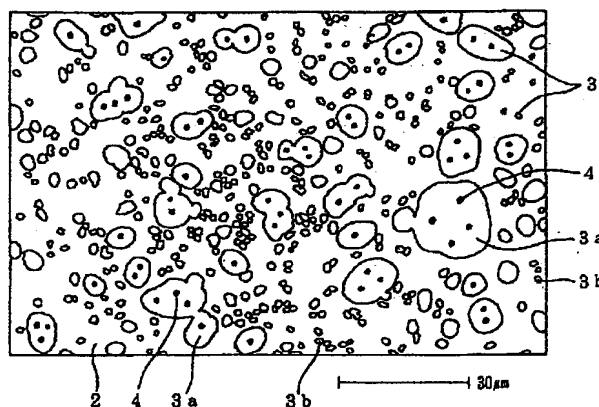
(71) 出願人 000125934  
株式会社いすゞセラムックス研究所  
神奈川県藤沢市土棚8番地  
(72) 発明者 北 英紀  
神奈川県藤沢市辻堂6389-106  
(72) 発明者 村尾 俊裕  
神奈川県藤沢市高倉582北湘南ハイム106  
(74) 代理人 弁理士 山本 俊夫

(54) 【発明の名称】 固体潤滑材が分散する複合セラミックスおよびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 固体潤滑材が分散している組織の緻密な複合セラミックスを得る。

【解決手段】 窒化ケイ素、炭化ケイ素、サイアロンなどの非酸化物セラミックスを母相2に、カーボンと窒化ホウ素の内の少なくとも1つからなる固体潤滑相3を分散させ、母相2と固体潤滑相3との境界部分に、鉄の酸化物、鉄のケイ化物などの鉄の化合物を分散させる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】窒化ケイ素、炭化ケイ素、サイアロンなどの非酸化物セラミックスからなる母相に、カーボンと窒化ホウ素の内の少くとも 1 つからなる固体潤滑相が分散しており、前記母相と前記固体潤滑相の境界部分に、鉄の酸化物、鉄のケイ化物などの鉄の化合物が分散していることを特徴とする、固体潤滑材が分散する複合セラミックス。

【請求項 2】窒化ケイ素、炭化ケイ素、サイアロンなどの非酸化物セラミックスからなる母相に、カーボンと窒化ホウ素の内の少くとも 1 つからなる固体潤滑相を内包する粒子径の大なる鉄化合物相と、鉄化合物だけの微細な鉄化合物相とが分散していることを特徴とする、固体潤滑材が分散する複合セラミックス。

【請求項 3】前記鉄の化合物の添加量が 3.5wt% 以下である、請求項 1、2 のいずれかに記載の固体潤滑材が分散する複合セラミックス。

【請求項 4】グラフアイト粒子または窒化ホウ素粒子の外周面に鉄の化合物を含む相を形成した粒子を作製する工程と、前記非酸化物セラミックスと前記粒子と焼結助剤とを混合した後に成形し焼成する工程とからなる、固体潤滑材が分散する複合セラミックスの製造方法。

【請求項 5】前記鉄の化合物を含む相を形成した粒子を作製する工程が、鋳鉄ブロックを素材としてアトマイズにより製造される、請求項 4 に記載の固体潤滑材が分散する複合セラミックスの製造方法。

【請求項 6】前記鉄の化合物を含む相を形成した粒子を作製する工程が、グラフアイト粒子または窒化ホウ素粒子に鉄を含むアルコキシド溶液または硝酸鉄溶液に浸した後、熟処理して被膜を形成する、請求項 4 に記載の固体潤滑材が分散する複合セラミックスの製造方法。

【請求項 7】前記鉄の化合物を含む相を形成した粒子を作製する工程が、ホルムアルデヒド、フェノールに鉄化合物粒子を分散した後に熟処理する、請求項 4 に記載の固体潤滑材が分散する複合セラミックスの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は機械的強度と摩擦特性に優れた複合セラミックス、特に固体潤滑材が分散している複合セラミックスおよびその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来、窒化ケイ素を主成分とするセラミックスに、窒化ホウ素 (BN)、カーボン (C) などの固体潤滑材の粒子を分散させたものが知られている。

【0003】窒化ケイ素などのセラミックスに、固体潤滑材としての窒化ホウ素の粒子を分散させる場合、窒化ホウ素の添加量が少量に限定されるうえ、組織の緻密化にはホットプレス成形を必要とするので、大型の部品の製造には不適である。また、窒化ケイ素粉末原料にカー

ボン粉末を添加して焼成した場合には、窒化ケイ素がカーボンと反応して炭化ケイ素が焼成されるとともに、反応物の一部はガスになって外部へ放散されるので、組織が多孔質になり、高強度の材料が得られない。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は上述の問題に鑑み、組織が緻密であつて、窒化ケイ素などの非酸化物セラミックスに、窒化ホウ素などの固体潤滑材が分散する複合セラミックスおよびその製造方法を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するために、本発明の構成は窒化ケイ素、炭化ケイ素、サイアロンなどの非酸化物セラミックスからなる母相に、カーボンと窒化ホウ素の内の少くとも 1 つからなる固体潤滑相が分散しており、前記母相と前記固体潤滑相の境界部分に、鉄の酸化物、鉄のケイ化物などの鉄の化合物が分散していることを特徴とする。

## 【0006】

【発明の実施の形態】本発明では窒化ケイ素、炭化ケイ素、サイアロンなどの非酸化物セラミックスからなる母相とグラフアイト、窒化ホウ素などの固体潤滑相との境界に、両者との親和性に優れた鉄の化合物を介在させる。このため、グラフアイト、窒化ホウ素などの固体潤滑材の粒子の表面を予め鉄の化合物で被覆してから窒化ケイ素粉末原料に配合するか、または固体潤滑相が分散する鉄化合物粒子を窒化ケイ素粉末原料に配合し、この配合原料から成形体を作製し低温で焼成する。焼成により鉄は鉄シリサイドに変化するが、鉄シリサイドは固体潤滑相と窒化ケイ素との両者に対する親和性が良好であり、欠陥のない緻密な組織が得られる。つまり、非酸化物セラミックスからなる母相に固体潤滑相が分散する、組織の緻密な複合セラミックスが得られる。

## 【0007】

【実施例】本発明による複合セラミックスは、窒化ケイ素、炭化ケイ素、サイアロンなどの非酸化物セラミックスを母相に、カーボンと窒化ホウ素の内の少くとも 1 つからなる固体潤滑相が分散し、母相と固体潤滑相との境界部分に、鉄の酸化物、鉄のケイ化物などの鉄の化合物が分散する。

【0008】図 1 に示す実施例では、セラミックスである窒化ケイ素からなる母相 2 に、鉄化合物相 3 を分散させたものであり、鉄化合物相 3 は固体潤滑材であるカーボンからなる固体潤滑相 4 を内包する粒子径の大なる鉄化合物相 3 a と、鉄化合物だけの微細な鉄化合物相 3 b とからなり、鉄化合物相 3 b は吸着相として作用する。

【0009】本発明による固体潤滑材が分散している複合セラミックスとその製造方法を具体的実施例に基づき説明する。

【0010】【実施例 1】固体潤滑材として、4.8%

のカーボンを含む球状黒鉛鉄をアトマイズ処理し、粒子径が $10\mu\text{m}$ の粉末を得た。この球状黒鉛鉄粉末の鉄分を化学処理により溶解しながら、球状黒鉛鉄粉末の粒子径を $5\mu\text{m}$ にまで小さくした。主原料として窒化硫黄(SN)を用い、窒化硫黄(SN)と、アルミナなどの酸化物助剤(焼結助剤)と、鉄酸化物とを混合したうえ造粒し、次いで、混合物の粒子からCIP成形(静水圧成形)により所要の成形体を作製し、該成形体を温度 $1700^{\circ}\text{C}$ の窒素雰囲気中で焼成して複合セラミックスを得た。図1に示すように、得られた複合セラミックスの組

織に気孔はなく、鉄酸化物相3aの内部にグラフアイト相が存在することがSEM(走査型電子顕微鏡)により確認される。

【0011】なお、表1に示すように、総原料量に対するアトマイズ処理した球状黒鉛鉄粉末の添加量は、40wt%を超えると、焼結後に鉄が溶けて吹き出した痕跡が見られる。

【0012】

【表1】

鉄化合物の 添加量(wt%)	焼結後の 性状	境界潤滑域 の摩擦係数	4点曲げ 強度(MPa)
0	緻密・良好	0.15	900
10	緻密・良好	0.1	888
15	緻密・良好	0.09	925
20	緻密・良好	0.08	865
25	緻密・良好	0.08	825
30	緻密・良好	0.07	756
35	緻密・良好	0.06	725
40	噴出物生成	—	210
45	焼結せず	—	—

【実施例2】固体潤滑材として、グラフアイト粒子の表面に、鉄のアルコキシド溶液を用いて鉄分を被覆処理した。実施例1と同様の工程により、主原料としての窒化ケイ素に、鉄分を被覆処理したグラフアイト粒子と、アルミナなどの酸化物助剤と、鉄酸化物とを混合したうえ造粒し、次いで、混合物の粒子からCIP成形により作製した成形体を、温度 $1700^{\circ}\text{C}$ の窒素雰囲気中で焼成して複合セラミックスを得た。得られた複合セラミックスは緻密な焼結体であり、焼結体の母相にグラフアイト相が分散していることが確認できた。得られた複合セラミックスの平均4点曲げ強度は $850\text{MPa}$ であつた。

【0013】【実施例3】固体潤滑材として窒化ホウ素の粉末を用い、実施例2と同様の工程により、窒化ケイ素に窒化ホウ素が分散する複合セラミックスを得た。得られた複合セラミックスの平均4点曲げ強度は $812\text{MPa}$ であつた。

【0014】実施例1～3で得られた複合セラミックスの摩擦特性は図2に示すとおりであり、これより、本発明による固体潤滑相が分散する複合セラミックスは、境界潤滑領域での摩擦係数が非常に小さいことが分かる。

【0015】【比較例1】固体潤滑材として、グラフアイト粒子と窒化ホウ素粒子を各別に用い、実施例2と同様の工程により、窒化ケイ素粉末にそれぞれ添加し、各混合粉末からCIP成形により作製した成形体を、温度 $1700^{\circ}\text{C}$ の窒素雰囲気中で焼成して、窒化ケイ素に

窒化ホウ素が分散する複合セラミックスとをそれぞれ得た。得られた各複合セラミックスはいずれも15%以上の気孔が発生し、各複合セラミックスの平均4点曲げ強度は $366\text{MPa}$ 、 $380\text{MPa}$ であつた。

【0016】【実施例4】固体潤滑材として、フェノールとホルムアルデヒドとアンモニアとに4酸化3鉄( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )粉末を添加して混合し、混合粉末を熱処理した後に破碎して、鉄-グラフアイトの複合粒子を得た。実施例1と同様の工程により、主原料としての窒化硫黄(SN)に、上述の鉄-グラフアイトの複合粒子と、アルミナなどの酸化物助剤と、鉄の酸化物とを混合したうえ造粒し、次いで、混合物の粒子からCIP成形により作製した成形体を、温度 $1700^{\circ}\text{C}$ の窒素雰囲気中で焼成して、窒化ケイ素からなる母相に鉄-グラフアイトの複合粒子が分散する複合セラミックスを得た。得られた複合セラミックスの平均4点曲げ強度は $790\text{MPa}$ 、境界潤滑領域での摩擦係数は0.06と良好な結果を示した。

【0017】【実施例5】主原料として炭化ケイ素とサイアロンを各別に用い、実施例2と同様の工程により、炭化ケイ素からなる母相に固体潤滑材粒子が分散する複合セラミックスと、サイアロンからなる母相に固体潤滑材粒子が分散する複合セラミックスをそれぞれ焼成した。得られた各複合セラミックスの平均4点曲げ強度は、 $652\text{MPa}$ 、 $769\text{MPa}$ 、摩擦係数は0.07、0.06と良好な結果を得た。

【0018】【比較例2】固体潤滑材として、グラフア

イト粉末と窒化ホウ素粉末を各別に用い、これらの粉末の表面または近傍に鉄化合物を介在させないで、窒化ケイ素粉末に配合し、実施例 2 と同様の工程により、窒化ケイ素にグラファイトが分散する複合セラミックスと、窒化ケイ素に窒化ホウ素が分散する複合セラミックスをそれぞれ焼成した。得られた各複合セラミックスはグラファイトまたは窒化ホウ素の添加量を変えても多孔質になり、平均 4 点曲げ強度はそれぞれ 332MPa、411MPa と低く、摩擦係数は 0.11 であった。

#### 【0019】

【発明の効果】本発明は上述のように、窒化ケイ素、炭化ケイ素、サイアロンなどの非酸化物セラミックスからなる母相に、カーボンと窒化ホウ素の内の少くとも 1 つからなる固体潤滑相が分散しており、前記母相と前記固

体潤滑相の境界部分に、鉄の酸化物、鉄のケイ化物などの鉄の化合物が分散しているものであり、窒化ケイ素からなる母相と固体潤滑相との境界に、両者との親和性に優れた鉄化合物が介在するので、欠陥のない緻密な組織が得られ、機械的強度と摩擦特性に優れた複合セラミックスが得られる。

#### 【図面の簡単な説明】

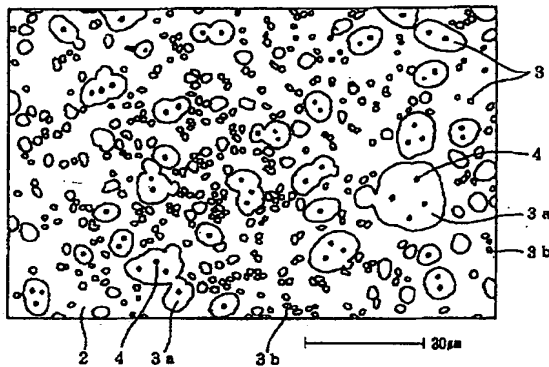
【図 1】本発明に係る固体潤滑材が分散する複合セラミックスの組織を拡大して示す断面図である。

10 【図 2】本発明に係る複合セラミックスと従来例の摩擦特性を表す線図である。

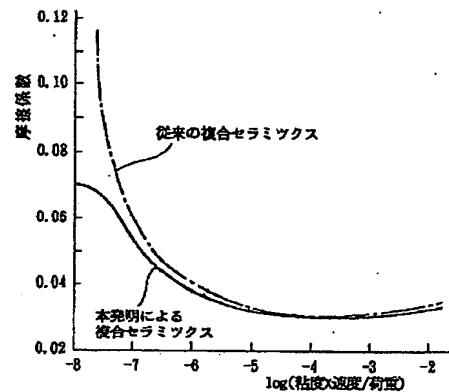
#### 【符号の説明】

2 : 母相 3 : 固体潤滑相

【図 1】



【図 2】



# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-231174

(43)Date of publication of application : 02.09.1998

(51)Int.Cl.

C04B 35/565

C04B 35/584

C04B 35/599

(21)Application number : 09-049872

(71)Applicant : ISUZU CERAMICS KENKYUSHO:KK

(22)Date of filing : 18.02.1997

(72)Inventor : KITA HIDENORI  
MURAO TOSHIHIRO

## (54) COMPOSITE CERAMIC INCLUDING DISPERSED SOLID LUBRICANT AND ITS PRODUCTION

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To produce a composite ceramic excellent in mechanical strength and friction characteristic and having a dense structure, by dispersing a solid lubricant such as carbon in a nonoxide ceramic mother phase such as silicon nitride and further putting an iron compound in the interface part of the both phases.

**SOLUTION:** This composite ceramic is formed by dispersing a solid lubricant phase 4 comprising at least one selected from between graphite and boron nitride in a mother phase 2 comprising nonoxide ceramics such as silicon nitride, silicon carbide and sialon, and further putting an iron compound phase 3 such as an oxide and silicide of iron having compatibility with the both phases in the interface part of the both phases. The composite ceramic 2 is produced by previously coating the surface of the solid lubricant with the iron compound, formulating the coated solid lubricant with the silicon nitride powder raw material, forming a compact of the formulated silicon nitride powder raw material and firing the compact. Moreover, the iron compound phase 3 comprises an iron compound phase 3a enclosing the solid lubricant phase 4 and having a large particle diameter, and a fine iron compound phase 3b comprising only the iron compound, and the iron compound phase 3b acts as an adsorbing phase.

